

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Danijel GLADOIČ

**VPLIV POVZROČENE DEFORMACIJE MED UTRJEVANJEM
LEPILA NA KONČNO TRDNOST SPOJA**

DIPLOMSKO DELO
Visokošolski strokovni študij

**INFLUENCE OF CAUSED DEFORMATION DURING CURING TO
FINAL STRENGTH OF ADHESIVE BOND**

GRADUATION THESIS
Higher Professional Studies

Ljubljana, 2016

Diplomsko delo je zaključek visokošolskega strokovnega študija lesarstva. Meritve in testiranja preskušancev so bila opravljena na Katedri za lepljenje, lesne kompozite in obdelavo površin, Oddelek za lesarstvo, Biotehniška fakulteta, Univerza v Ljubljani.

Senat Oddelka za lesarstvo Biotehniške fakultete je za mentorja visokošolskega strokovnega diplomskega dela imenoval prof. dr. Milana ŠERNEKA, za somentorja dr. Mateja JOŠTA in za recenzenta doc. dr. Mirka KARIŽA.

Mentor: prof. dr. Milan ŠERNEK

Somentor: dr. Matej JOŠT

Recenzent: doc. dr. Mirko KARIŽ

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora:

Naloga je rezultat lastnega raziskovalnega dela. Spodaj podpisani se strinjam z objavo svoje naloge v polnem tekstu na spletni strani Digitalne knjižnice Biotehniške fakultete. Izjavljam, da je naloga, ki sem jo oddal v elektronski obliki, identična tiskani verziji.

Danijel GLADOIĆ

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD Vs
DK UDK 630*824.832
KG fenol-formaldehidno lepilo/deformacija/utrjevanje/strižna trdnost
AV GLADOIĆ, Danijel
SA ŠERNEK, Milan (mentor)/JOŠT, Matej (somentor)/KARIŽ, Mirko (recenzent)
KZ SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, Cesta VIII/34
ZA Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI 2016
IN VPLIV POVZROČENE DEFORMACIJE MED UTRJEVANJEM LEPILA NA KONČNO TRDNOST SPOJA
TD Diplomsko delo (visokošolski strokovni študij)
OP VIII, 36 str., 5 pregl., 24 sl., 12 vir.
IJ sl
JI sl/en
AI Proučevali smo vpliv deformacije med utrjevanjem lepila na končno trdnost lepilnega spoja. Uporabili smo fenol-formaldehidno (FF) lepilo za lepljenje vezanega lesa in bukov furnir (*Fagus sylvatica* L.). Debelina furnirja je bila 1,1 mm in nanos lepila je bil 200 g/m². Preskušance smo testirali z univerzalnim testirnim strojem ZwickZ100 po prilagojeni metodi DGST »Dinamika Graditve Strižne Trdnosti«, ki je prilagojena metoda ABES »Automated Bonding Evaluation System«. Stroj je imel nameščeno manjšo vročo stiskalnico s posebnim ventilom, ki je pri povzročanju deformaciji znižal tlak stiskanja na 0 MPa, ne da bi se stiskalnica odprla. Preskušance smo lepili pri temperaturi stiskalnice 140 °C in tlaku 1,2 MPa. Med lepljenjem smo povzročali deformacije velikosti 0,5 mm, 0,75 mm in 1mm, pri različnih časih stiskanja (od 10 do 55 sekund po pričetku stiskanja). Rezultati raziskave so pokazali, da velikost deformacije ni bistveno vplivala na končno trdnost spoja, bolj je vplival čas pri katerem smo deformacijo povzročili. Deformacija povzročena po 10 sekundah stiskanja še ni imela vpliva na končno trdnost, pri 15 sekundah pa se je že opazil padec trdnosti in po 50 sekundah je bila končna trdnost spoja enaka 0 N/mm². Številne nastale vezi v lepilu se namreč porušijo in se v tej fazi ne morejo več obnoviti.

KEY WORDS DOCUMENTATION

DN Vs
DC UDC 630*824.832
CX phenol-formaldehyde adhesive/deformation/curing/shear strength
AU GLADOIĆ, Danijel
AA ŠERNEK, Milan (supervisor)/JOŠT, Matej (co-supervisor)/KARIŽ, Mirko (reviewer)
PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, Cesta VIII/34
PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
PY 2016
TI INFLUENCE OF CAUSED DEFORMATION DURING CURING TO FINAL STRENGTH OF ADHESIVE BOND
DT Graduation Thesis (Higher professional studies)
NO VIII, 36p., 5 tab., 24 fig., 15 ref
LA sl
AL sl/en
AB Influence of caused deformation during curing to final strength of adhesive bond was investigated. We used phenol-formaldehyde (PF) adhesive for plywood and beech veneer (*Fagus sylvatica* L.). The thickness of veneer was 1,1 mm and the coating of adhesive was 200 g/mm². Test specimens were tested with universal testing machine Zwick Z100 by method similar DBSD »Dynamics of the Bond Strength Development« which is modified ABES »Automated Bonding Evaluation System« method. The machine had mounted a small hot press, with a special valve which reduced compression pressure to 0 MPa, when we caused deformation, without the press opening. The test specimens were glued at the temperature of 140 °C and 1,2 MPa pressure of the press. During curing we caused deformations in size of 0,5mm, 0,75 mm and 1mm at different times of the pressing (10 seconds to 55 seconds after beginning pressing). Results showed that the size of deformation does not significantly affect the final strength of adhesive bond, it was more affected by the time at which the deformation was caused. The deformation caused after 10 seconds of press did not have effect on final strength, at 15 seconds it was noticed the drop of strength, which has been decreasing, and after 50 seconds the final strength of adhesive bond is equal to 0 N/mm². The adhesive bonds in the glue are destroyed and can no longer be restored.

KAZALO VSEBINE

	str.
Ključna dokumentacijska informacija (KDI)	III
KeyWordsDocumentation (KWD)	IV
Kazalo vsebine	V
Kazalo preglednic.....	VII
Kazalo slik.....	VIII
1 UVOD	1
1.1 OPREDELITEV PROBLEMA	1
1.2 DELOVNE HIPOTEZE	1
1.3 CILJI RAZISKAVE	2
2 PREGLED OBJAV	3
2.1 LEPILNI SPOJ	3
2.2 LEPILA ZA LEPLJENJE LESA	4
2.3 SINTETIČNA LEPILA	5
2.3.1 Polikondenzacijska lepila	6
2.3.1.1 Fenol-formaldehidno (FF) lepilo	7
2.4 DEJAVNIKI, KI VPLIVAJO NA UTRJEVANJE LEPILA IN GRADITEV TRDNOSTI FF LEPILNEGA SPOJA	8
2.4.1 Lastnosti lepila	8
2.4.1.1 Delež suhe snovi	8
2.4.1.2 Osnovne sestavine FF lepila	8
2.4.1.3 Katalizator	8
2.4.2 Lastnosti lesa, ki vplivajo na utrditev in graditev trdnosti lepilnega spoja	9
2.4.2.1 Anatomske lastnosti lesa	9
2.4.2.2 Fizikalne lastnosti lesa	9
2.4.2.3 Mehanske lastnosti lesa	9
2.4.3 Parametri lepljenja	10
2.4.3.1 Vlažnost lesa	10
2.4.3.2 Nanos lepila	10
2.4.3.3 Temperatura lepljenja	10
2.4.3.4 Vmesni čas lepilne mešanice	10
2.4.3.5 Tlak stiskanja	11
2.4 RAZISKOVANJE UTRJEVANJA LEPILA	11
2.4.1 ABES in DGST metodi za ugotavljanje trdnosti lepilnega spoja	11
2.4.2 Dosedanje raziskave z ABES in DGST	12
3 MATERIAL IN METODE	13
3.1 MATERIAL	13
3.1.1 Priprava lesnih preskušancev	13
3.1.2 Fenol-formaldehidno lepilo BOROFEN tip A	13
3.2 METODE	14
3.2.1 Proučevanje povzročene deformacije med utrjevanjem lepila na končno trdnost lepilnega spoja	14
4 REZULTATI.....	19
4.1 LASTNOSTI LEPILA	19
4.1.1 Krivulja utrjevanja lepila	19
4.2 VPLIV DEFORMACIJE MED LEPLJENJEM NA KONČNO TRDNOST LEPILNEGA SPOJA	21

4.2.1	Vpliv deformacije 0,5 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja	21
4.2.2	Vpliv deformacije 0,75 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja	23
4.2.3	Vpliv deformacije 1 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja	26
5	RAZPRAVA IN SKLEPI.....	29
5.1	RAZPRAVA	29
5.1.1	Graditev strižne trdnosti FF lepilnega spoja in deleža loma po lesu pri temperaturi stiskanja 140 °C	29
5.1.2	Vpliv deformacije med utrjevanjem lepila na strižno trdnost in delež loma po lesu	30
5.2	SKLEPI	33
6	POVZETEK	34
7	VIRI	35

ZAHVALA

KAZALO PREGLEDNIC

str.

Preglednica1: Lastnosti lepila (podatki proizvajalca lepila- FENOLIT)	13
Preglednica2: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu pri temperaturi stiskalnice 140 °C v odvisnosti od časa stiskanja	19
Preglednica3: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,5 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	21
Preglednica4: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,75 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	24
Preglednica5: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 1 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	26

KAZALO SLIK

	str.
Slika 1: Zgradba lepilnega spoja lesa (Marra, 1992)	3
Slika 2: Razdelitev lepil glede na način utrjevanja (Šernek, 2002/03)	6
Slika 3: Slika lepilne mešanice TIP A.....	14
Slika 4: Oblika in dimenzije preskušanca	15
Slika 5: Transferpipetor za volumski nanos lepila	15
Slika 6: Preskušanec z nanosenim lepilom.....	16
Slika 7: Shematski prikaz metode DGST: stiskanje in utrjevanje (levo), ter ugotovitev strižne trdnosti lepilnega spoja (desno)	16
Slika 8: Vpet preskušanec pred stiskanjem v testirnem stroju ZWICK Z100	17
Slika 9: Posebni ventil, ki nam je omogočil sprostitvev tlaka stiskanja med deformacijo, brez odpiranja stiskalnice.....	18
Slika 10: Graditev strižne trdnosti FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C, v odvisnosti od časa stiskanja	20
Slika 11: Delež loma po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C, v odvisnosti od časa stiskanja	20
Slika 12: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,5 mm pri različnih časih med stiskanjem	22
Slika 13: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,5 mm pri različnih časih med stiskanjem	22
Slika 14: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu (n =10)lepilnega spoja, pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,5 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	23
Slika 15: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,75 mm pri različnih časih med stiskanjem	24
Slika 16: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,75 mm pri različnih časih med stiskanjem	25
Slika 17: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu (n =10) lepilnega spoja, pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,75 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	25
Slika 18: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 1 mm pri različnih časih med stiskanjem	27
Slika 19: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 1 mm pri različnih časih med stiskanjem	27
Slika 20: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu (n =10) lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 1 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem.....	28
Slika 21: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C v odvisnosti od časa stiskanja.....	29
Slika 22: Povprečne vrednosti strižne trdnosti FF lepilnega spoja pri različnih deformacijah med lepljenjem in temperaturi stiskanja 140 °C	30
Slika 23: Povprečne vrednosti deleža loma po lesu FF lepilnega spoja pri različnih deformacijah med lepljenjem in temperaturi stiskanja 140 °C	31
Slika 24: Graf povprečnih vrednosti strižne trdnosti lepila ter povprečne vrednosti končne strižne trdnosti pri vmesni deformaciji 0,75 mm in temperaturi stiskanja 140 °C	32

1 UVOD

V lesni industriji je lepljenje zelo pomemben tehnološki del. Z lepljenjem izboljšamo mehanske in fizikalne lastnosti lesa, razširimo možnost uporabe za različne namene, povečamo dimenzije in izkoristek, ter izboljšamo dimenzijsko stabilnost. Lepljenje lesa je kompleksen proces, ki obsega pripravo površine lesa, nanos lepila, tok in prenos lepila med lepljenima površinama, omočitev površine lesa, penetracijo lepila v lumne in celične stene lesa, ter utrjevanje lepila. Lepljenje lesa je področje intenzivnih raziskav, ki se odraža v razvoju novih lepil, v uporabi novih postopkov lepljenja in v izdelavi novih lesnih kompozitov in tvoriv.

Pri lepljenju včasih med utrjevanjem pride do majhnih deformacij oziroma pomikov med lepljencema, ki lahko vplivajo na končno trdnost lepilnega spoja. Lepilo utrjuje v odvisnosti od časa, zadostna mehanska trdnost lepilnega spoja se ustvari šele v zadnji fazi lepljenja in zato je pomembno kdaj pride do deformacije med lepljencema. Deformacije se lahko pojavijo v začetku stiskanja dokler se še ne ustvarijo močne vezi v lepilnem spoju. Če pa se pojavijo proti koncu stiskanja, pa že lahko močno vplivajo na končno trdnost lepilnega spoja.

1.1 OPREDELITEV PROBLEMA

Fenol-formaldehidna (FF) lepila so polikondenzacijska lepila, ki utrjujejo na kemijsko fizikalen način. Utrjevanje je običajno izvedeno v vroči stiskalnici, kjer s pomočjo povišane temperature in katalizatorja pospešimo proces lepljenja. Lepilo utrjuje v odvisnosti od časa in sicer se zadostna mehanska trdnost lepilnega spoja ustvari šele v zadnji končni fazi stiskanja. Čas stiskanja ne sme biti prekratek in ne predolg, če hočemo zagotoviti zadostno trdnost spoja. Nekatera lepila, če jih predolgo stiskamo v vroči stiskalnici, termično degradirajo in s tem se zniža strižna trdnost lepilnega spoja, povzročimo pa tudi časovne in energijske izgube. Zanima nas kako deformacije, ki se pojavljajo v procesu utrjevanja lepila, vplivajo na končno strižno trdnost lepilnega spoja.

1.2 DELOVNE HIPOTEZE

Predpostavljamo, da deformacije, ki jih povzročimo na začetku utrjevanja bistveno ne vplivajo na končno trdnost lepilnega spoja. Če pa deformacije povzročimo proti koncu časa utrjevanja, se končna trdnost lepilnega spoja bistveno zmanjša, saj z deformacijo pretrgamo nastale vezi v lepilu, ki se ne morejo več regenerirati.

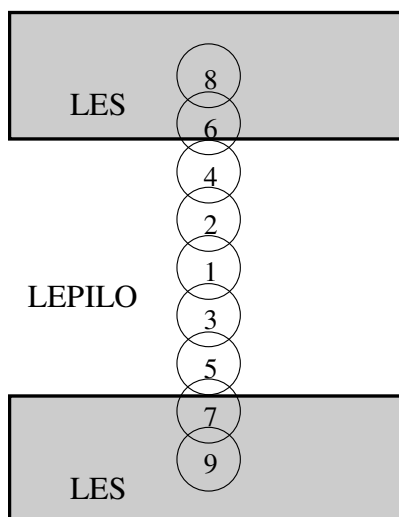
1.3 CILJI RAZISKAVE

Osnovni cilj raziskave je ugotoviti, kako vplivajo povzročene deformacije med utrjevanjem lepila na končno strižno trdnost lepilnega spoja. Ugotoviti želimo, kako vpliva velikost deformacije, kot tudi čas v katerem povzročimo deformacijo, na končno strižno trdnost lepilnega spoja.

2 PREGLED OBJAV

2.1 LEPILNI SPOJ

Z lepljenjem lesa hočemo doseči spoje, ki bi imeli trdnost enako ali večjo kot jo ima les, ki ga lepimo. Utrjevanje lepila je proces v katerem se lepilo iz tekočega stanja spremeni v trdno obliko. Na proces utrjevanja vpliva veliko dejavnikov, sam proces pa je kompleksen. Dejavniki, ki vplivajo na proces utrjevanja: dejavniki lastnosti lesa, dejavniki sestave lepila, dejavniki priprave lesa, dejavniki aplikacije lepila, dejavniki geometrije lesa in dejavniki uporabe lepljenega izdelka (Marra, 1992).



Slika 1: Zgradba lepilnega spoja lesa (Marra, 1992)

Zgradbo lepilnega spoja lesa lahko predstavimo z verigo, ki je sestavljena iz devetih členov (slika 1) (Marra, 1992). Trdnost lepilnega spoja je enaka trdnosti najšibkejšega člena, zato je vsak od devetih členov pomemben pri oblikovanju lepilne vezi.

Lastnosti lepilnega filma in samega lepila predstavlja 1 člen. Med molekulami lepila delujejo kohezijske sile, ki so lahko kritičen člen v trdnosti lepilnega spoja (pri debelem lepilnem spoju). 2 in 3 člen predstavljata mejni sloj lepilnega filma. S členoma 4 in 5 je predstavljena osnovna privlačnost med različnimi molekulami - adhezija. Ta privlačnost se med lepljenjem vzpostavi med molekulami lesa in lepila in lahko temelji na mehanski povezavi, fizikalni vezi ali kemijski vezi.

Podpovršinski sloj lepljenca je predstavljen s členoma 6 in 7. To je sloj tik pod površino lesa, ki je bil mehansko poškodovan v procesu priprave lepilne površine. Ta površina lahko predstavlja kritično vrzel v trdnosti lepilnega spoja, saj je les poškodovan in deformiran. Vloga lepila je med drugim tudi ta, da penetrira skozi ta del in ga učvrsti.

Skrajna člena v verigi, ki se v procesu lepljenja povežeta, sta člena 8 in 9. Predstavljata lastnosti lepljenca oziroma lesa, ki vplivajo na oblikovanje lepilne vezi. V glavnem so to gostota, poroznost, permeabilnost in vlažnost lesa.

Kvaliteten lepilni spoj dosežemo, če poskrbimo za ustrezen proces oblikovanja lepilnega spoja. Zagotoviti moramo pravšnji nanos lepila, zadosten prenos na nasprotno lepilno površino, dobro omočitev površine lesa, optimalno penetracija lepila v pore lesa in v celično steno ter primerno utrjevanje lepila pri optimalnih parametrih lepljenja (vlažnost lesa, vmesni čas, tlak stiskanja, temperatura stiskanja in čas stiskanja) (Seljak in Šernek, 2005).

Šernek (1999) v raziskavi ugotavlja, da je strižna trdnost lepilnega spoja večja pri preskušancih, ki so bili lepljeni iz furnirja z nižjo vlažnostjo. Pri višjih vlažnostih furnirja (11,0 in 13,1 %) se je trdnost zmanjšala skoraj za petino. Opažen trend je bil prisoten tako pri klasičnem vročem lepljenju kot pri visokofrekvenčnem lepljenju. Nadalje avtor navaja, da obstaja pozitivna korelacija med strižno trdnostjo in lomom po lesu. Večji ko je bil delež loma po lesu, večja je bila strižna trdnost lepilnega spoja.

Jošt (2009) je v raziskavi proučeval dinamiko graditve strižne trdnosti (DGST) fenol-formaldehidnega lepila in ugotovil, da se je strižna trdnost začela graditi prej, kot se je pojavil lom po lesu, saj je bila takrat adhezija med molekulami lepila in lesa manjša od kohezije. Ko se je temperatura v lepilnem spoju povečala, se je pojavil lom po lesu, ki je skupaj s strižno trdnostjo hitro naraščal. Maksimalna strižna trdnost in maksimalen delež loma po lesu sta bila dosežena skoraj hkrati, in sicer v trenutku, ko je bila trdnost lepilnega spoja višja od trdnosti lesa.

2.2 LEPILA ZA LEPLJENJE LESA

Lepila razvrščamo po izvoru in kemijski sestavi v dve skupini: naravna in sintetična lepila. Starejša po izvoru so naravna lepila, vendar imajo nekatere pomanjkljivosti in so zato manj uporabljana. Tako da se danes uporabljajo predvsem sintetična lepila, vse več je posebnih izvedb lepil, ki so namenjena za povsem določene zahteve pri lepljenju. Lepila, ki se uporabljajo v lesni proizvodnji, morajo imeti naslednje lastnosti:

- ustrezno vezivno trdnost,
- za različne namene uporabe različne hitrosti vezanja,
- kemijsko morajo biti čimbolj nevtralna, da ne povzročajo sprememb barve lesa,
- po utrjevanju morajo biti zadosti elastična, da se lahko prilagajajo delovanju lesa,
- čim manj obrabljajo obdelovalno orodje,
- čim daljši čas mešanice (pot life),
- čimbolj enostavna za pripravo in uporabo,
- čim daljša doba skladiščenja,
- zdravju neškodljiva med lepljenjem kot tudi pri uporabi lepljencev,
- izpolnjujejo posebne zahteve: odpornost proti vlagi, vodi, toploti, mrazu, staranju, glivam, insektom, določenim kemikalijam...,
- različni odprti in zaprti časi.

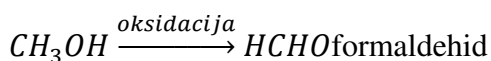
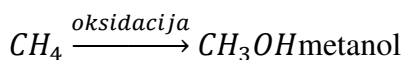
Med naravna lepila štejemo lepila rastlinskega izvora (škrobna in dekstrinska lepila, lepila iz soje, lepila iz naravne gume, lepila iz celuloze), lepila živalskega izvora (glutinska lepila, kazeinska lepila, lepila iz krvnega albumina), šelak lepila, lepila iz bitumna in vodno steklo.

Med sintetična lepila štejemo polimerizacijska lepila (polivinilacetatna lepila, polivinilalkoholna lepila, polivinilkloridna lepila, poliakrilatna lepila, lepila iz sintetičnega kavčuka), polikondenzacijska lepila (urea-formaldehidna lepila, melamin-formaldehidna lepila, anilin-formaldehidna lepila, fenol-formaldehidna lepila, resorcinol-formaldehidna lepila, poliamidna lepila, poliestrska lepila, silikonska lepila), poliadicijska lepila (poliuretanska lepila, epoksidna lepila) in posebna glede na sestavo in obliko (talilna lepila, lepila na osnovi tanina, lepila na osnovi lignina).

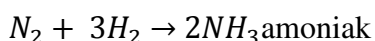
2.3 SINTETIČNA LEPILA

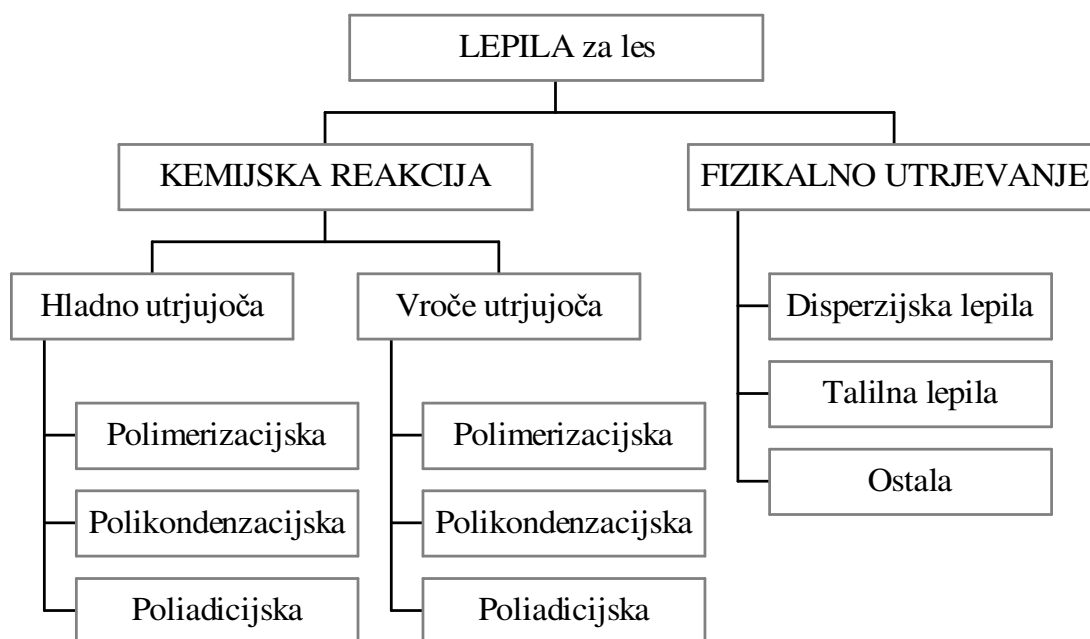
Sintetična lepila (Resnik, 1989) so zelo številna in se jih v lesni industriji veliko uporablja, veliko več kot naravna lepila. Osnovna surovina sintetičnih lepil so proizvodi petrokemije, naravni plin in zrak.

Naravni plin je izhodna surovina za sintezo metanola, ki je izhodna surovina za sintezo formaldehida.



Amoniak pa je izhodna surovina za sintezo sečnine.





Slika 2: Razdelitev lepil glede na način utrjevanja (Šernek, 2002/03)

2.3.1 Polikondenzacijska lepila

Med polikondenzacijska lepila uvrščamo urea-formaldehidna (UF), melamin-formaldehidna (MF), fenol-formaldehidna (FF), resorcinol-formaldehidna (RF), poliamidna, poliestrska in silikonska lepila za les.

Polikondenzacija je kemijski proces združevanja nizko molekularnih spojin v visoko molekularne produkte. Reakcija polikondenzacije, ki poteka z nadziranjem temperature, poteka na grobo v treh fazah (Resnik, 1989):

faza A – rezol stanje, produkt nabreka, je topen in termoplasten;

faza B – rezitol stanje, produkt nabreka in je termoplasten;

faza C – rezit stanje, produkt ne nabreka, se ne topi, je termoneplasten in ima tridimenzionalno sliko (zamreženje).

2.3.1.1 Fenol-formaldehidno (FF) lepilo

Osnovne surovine za fenol-formaldehidna lepila so fenol ali njegovi derivati (krezoli in dihidroksi benzeni), ter formaldehid oziroma paraformaldehid (Resnik, 1989). Fenol-formaldehidna (FF) lepila spadajo med kemijsko utrjujoča polikondenzacijska lepila. FF smole nastanejo z reakcijo fenola ali njegovih derivatov z aldehidi in ketoni. Pri sintezi prihaja do hkratnega poteka več reakcij, na kar v veliki meri vplivajo pogoji reakcije in vrsta fenola.

Fenolne smole (polimeri) se pridobivajo z reakcijo fenolov z aldehidi (monomeri). Fenol in formaldehid sta najpomembnejši komponenti pri proizvodnji komercialnih fenolnih smol. Reakcije formaldehida s fenolom lahko vodimo bodisi do toplotno reaktivnih resolov ali do stabilnih novolakov, odvisno od vrste katalizatorja in molskega razmerja formaldehida in fenola.

Resoli so po navadi narejeni iz fenol-formaldehidne mešanice v kateri je aldehid v molskem presežku. Fenol in formaldehid reagirata do določene stopnje kondenzacije, pri kateri je FF smola še zmeraj tekoča in/ali topna. Za polikondenzacijsko reakcijo se uporablja bazičen katalizator. Zamreževanje resolov dosegamo s segrevanjem in/ali dodatkom katalizatorja.

Novolaki se v glavnem pripravljajo z rahlim molarnim pribitkom fenola. Molekulska težapolimera je določena z molskim razmerjem monomerov, kjer se formaldehid med reakcijo polikondenzacije v celoti porabi. Zamreževanje novolakov se lahko izvaja z dodatkom formaldehida in/ali formaldehidnih donorov, kot je heksametilentetramin (HEXA).

Utrjeni spoji fenol-formaldehidnih (FF) lepil so krhki in trdi, obarvani so temno rdeče oziroma rjavo, odporni proti vlagi in vodi (hladni in vroči), proti večini kislin, olj, masti, proti glivicam in bakterijam, ter so zelo trajni. Ker fenol-formaldehidna (FF) lepila vsebujejo dosti vode (suha snov lepil je med 40 % in 50 %) in je voda hkrati tudi stranski produkt polikondenzacije, mora iz lepila med utrjevanjem iziti veliko vode, zaradi tega se lepilo med utrjevanjem krči. Zato lahko včasih pride do pokanja lepilnega spoja, kot posledica močnega krčenja in visoke krhkosti utrjenega lepila.

Fenol-formaldehidna (FF) lepila se uporabljajo za lepljenje lesenih plošč, lesenih elementov v gradbeništvu, za čolne, jadrnice, smuči, karoserije transportnih sredstev, OSB plošče ... Za posebne oblike furniranja je primeren film, ker ne prihaja do prebojev lepila. V primerjavi z urea-formaldehidnimi (UF) lepili so FF lepila manj občutljiva na debelino sloja, lepilo je bolj elastično in zato manj obrablja rezila.

Slabost FF lepil je obarvanost lepilnega spoja, in počasnejše utrjevanje od UF, za utrjevanje potrebujemo kisline (žveplova kislina, vodna ali alkoholna raztopina toulensulfonske kisline, aluminijev hidrogensulfat).

2.4 DEJAVNIKI, KI VPLIVAJO NA UTRJEVANJE LEPILA IN GRADITEV TRDNOSTI FF LEPILNEGA SPOJA

2.4.1 Lastnosti lepila

2.4.1.1 Delež suhe snovi

FF lepila vsebujejo kar precej vode, zato je delež suhe snovi v lepilu med 40 % in 50 %. To je tisti del lepila, ki po utrjevanju in sušenju do absolutne suhosti ostane v lepilu. Ostane le popolnoma utrjeno lepilo, ker med sušenjem izhlapi dodana voda v lepilu in vsi hlapni produkti reakcije.

2.4.1.2 Osnovne sestavine FF lepila

Osnovne sestavine FF lepila so fenol ali njegovi derivati in formaldehid oziroma paraformaldehid. Fenol in njegovi homologi so v katranu črnega in rjavega premoga. Čisti fenol je brezbarven in močno koroziven ter strupen, ki na zraku pordeči, v vodi topi, reagira pa kislo. Formaldehid je plin neprijetnega vonja, ki draži sluznico, povzroča solzenje in je kancerogen (Resnik, 1989).

2.4.1.3 Katalizator

FF lepila pri temperaturah nad 180°C vežejo brez katalizatorja. Pri hladnem utrjevanju je treba dodati agresivne katalizatorje, pri čemer se spremeni barva mešanice pa tudi segreje se.

2.4.2 Lastnosti lesa, ki vplivajo na utrditev in graditev trdnosti lepilnega spoja

2.4.2.1 Anatomske lastnosti lesa

Anatomske lastnosti lesa, ki vplivajo na utrjevanje in graditev lepilnega spoja so: rani – kasni les, beljava – jedrovina, poroznost, juvenilni – adultni les in smer lesnih vlaken. Lepilo bolje penetrira v rani les kot kasni les zaradi večjih lumnov. Bolje tudi penetrira v beljavo kot jedrovino, ker so v jedrovini ekstraktivi in celice niso tako prevodne kot v beljavi. Lepljenje lesa z visoko poroznostjo je lahko težavno, ker velika količina lepila hitro penetrira v les, posledica pa je pust lepilni spoj (Jošt, 2009). Penetracija UF lepila pri bukovini je boljša v tangencialni smeri vlaken, kot pa v radialni smeri (Šernek in sod., 1999).

2.4.2.2 Fizikalne lastnosti lesa

Fizikalne lastnosti lesa, ki vplivajo na utrjevanje in graditev lepilnega spoja so: gostota lesa, termične lastnosti, higroskopsnost, vlažnost lesa, ravnovesna vlažnost, krčenje in nabrekanje. Gostota lesa zelo vpliva na lepljenje lesa. Gostejši les je bolj trden, vendar lepilo težje penetrira, ker je les manj permeabilen. Za hitro segrevanje lesa in s tem lepilnega spoja je pomembna termična lastnost lesa. Higroskopičen les ima boljše omočitev lepilne površine, vendar bolj deluje in napetosti v lepilnem spoju so večje kot pa v nizko higroskopičnem lesu. Vlažnost lesa in njena porazdelitev v lesu vpliva na oblikovanje lepilnega spoja, kot tudi na trdnost lepilnega spoja.

2.4.2.3 Mehanske lastnosti lesa

Mehanske lastnosti lesa so za določeno lesno vrsto specifične, ampak zelo variabilne. Velika variabilnost je med različnimi lesnimi vrstami kot tudi znotraj posamezne vrste. Na trdnost najbolj vpliva gostota lesa, kjer ima gostejši les višjo trdnost. Sem spadajo še: vsebnost vlage, prisotnost reakcijskega lesa in usmerjenost vlaken. Z naraščanjem vlažnosti lesa pada trdnost lesa.

2.4.3 Parametri lepljenja

2.4.3.1 Vlažnost lesa

Vlažnost lesa pri lepljenju mora biti med 6 in 14 %. Z naraščanjem vlažnosti lesa trdnost lepilnega spoja pada, ujeta vlaga v lepilnem spoju pa lahko povzroči tudi razslojitev lepilnega spoja.

2.4.3.2 Nanos lepila

Nanos lepila na površino lesa mora biti enakomeren enostranski ali obojestranski z zadostno količino lepila, ki je odvisna od deleža suhe snovi v lepilu, hrapavosti površine in poroznosti lesa. Nanos lepila in utrjevalca je lahko skupen ali ločen. V praksi znaša nanos FF lepila od 150 do 200 g/m². Večji nanosi niso racionalni, saj odvečno lepilo pri stiskanju lepljencev izrinemo iz lepilnega spoja, nato pa moramo še očistiti stiskalno opremo, da zasušeni ostanki utrjenega lepila ne poškodujejo drugih lepljencev.

2.4.3.3 Temperatura lepljenja

Temperatura lepljenja je zelo različna in sicer z FF lepili lahko lepimo pri temperaturah od 20 °C do 200 °C. Pod 20 °C so lepljenja slaba.

Vrste lepljenja:

- hladno lepljenje, pri temperaturah, ki so nižje od 35 °C (montažna lepljenja),
- toplo lepljenje, pri temperaturah od 35 °C do 90 °C in
- vroče lepljenje, pri temperaturah nad 90 °C.

S segrevanjem skrajšamo čas stiskanja, saj kemična reakcija hitreje poteka. Hitrejša pa je tudi penetracija in difuzija lepilne mešanice. Pri utrjevanju lepila je zelo pomembno, da sta kemijska reakcija in oddajanje disperznega sredstva sočasna in usklajena.

2.4.3.4 Vmesni čas lepilne mešanice

Vmesni čas lepilne mešanice nam pove, koliko časa je lahko lepilo nanešeno na površino preden lepljenec stisnemo. Vmesni čas FF lepilne mešanice je lahko od nekaj minut do maksimalno 60 minut in je daljši kot pri UF lepilih.

2.4.3.5 Tlak stiskanja

Tlak stiskanja je v glavnem odvisen od vrste lesa in načina lepljenja. Pri montažnem lepljenju je zadosti 0,2 MPa, pri vezanih ploščah 1,2 do 1,5 MPa in za oblikovane plošče 2 do 2,5 MPa. Višji tlaki se uporabljajo tudi pri lepljenju gostejšega lesa. Glavna funkcija tlaka stiskanja je zagotovitev čim boljšega prileganja površin, iztiskanje odvečnega lepila in zadostna penetracija lepila.

2.4 RAZISKOVANJE UTRJEVANJA LEPILA

Utrjevanje lepila je ena izmed pomembnejših lastnosti, ki ga lahko raziskujemo z različnimi metodami, ki zaznajo kemijske in fizikalne spremembe v lepilu. (Jošt in Šernek, 2009).

Metode, ki raziskujejo kemijski del utrjevanja so:

- diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC – Differential Scanning Calorimetry),
- nihajna spektroskopija (FT-IR – Fourier Transform Infrared Spectroscopy) in
- nuklearna magnetna resonanca (NMR – Nuclear Magnetic Resonance)

Glavne metode, ki raziskujejo fizikalni del utrjevanja so:

- termomehanska analiza (TMA – Thermomechanical Analysis),
- dinamična mehanska analiza (DMA – Dynamic Mechanical Analysis),
- torzijska analiza (TBA – Torsional Braid Analysis),
- dielektrična analiza (DEA – Dielectric Analysis),
- spremljanje dinamike graditve strižne trdnosti – DGST (ABES – Automated Bonding Evaluation System),
- spremljanje dinamike graditve razslojne trdnosti ivernih in vlaknenih plošč (IPATES – Integrated Pressing and Testing System).

Večino metod moramo izvajati v kontroliranih laboratorijskih pogojih in so primerne samo za analizo lepila. Metode TMA, DEA, DMA in ABES so primerne za spremljanje utrjevanja lepila v lepilnem spoju, pri čemer je metoda DEA potencialno primerna za spremljanje utrjevanja v vroči stiskalnici pri proizvodnji lepljenih izdelkov.

2.4.1 ABES in DGST metodi za ugotavljanje trdnosti lepilnega spoja

Naprava ABES (Automated Bonding Evaluation System), ki jo je uporabljal in patentiral Humphrey (1990), temelji na merjenju strižne trdnosti lepilnega spoja po določenem času stiskanja. Princip DGST (Dinamika Graditve Strižne Trdnosti) je podoben kot pri metodi ABES, s tem da je preskušanec po obliki podoben preskušancem za ugotavljanje natezne

strižne trdnosti (SIST EN 205, 2003). Uporabljen je tanjši bukov furnir namesto 5 mm debele bukove lamele. Pomanjkljivost obeh metod je, da z enim preskušancem dobimo le eno meritev strižne trdnosti. Tako da moramo za spremljanje rasti strižne trdnosti opraviti veliko meritev pri različnih časih stiskanja. Dobra lastnost pa je, da lahko spremljamo tudi delež loma po lesu.

Razlika med napravama je v tem, da se pri napravi ABES preskušanec avtomatsko vpne v trgalne čeljusti po zaključenem stiskanju, pri DGST napravi pa je preskušanec vpet v trgalne čeljusti celoten cikel (stiskanje in preskušanje). Ker je preskušanec vpet v trgalne čeljusti celoten cikel, se zaradi sušenja furnirja in lepila v preskušancu pojavljajo natezne napetosti, ki jih naprava zmanjšuje z prilagajanjem sile na trgalnih čeljustih med celotnim ciklom ($F = 0 \text{ N}$). Tako sta si metodi bolj podobni in pridobljeni rezultati so primerljivi med seboj.

2.4.2 Dosedanje raziskave z ABES in DGST

Od leta 1990 ko je Philip E. Humphrey izdelal in patentiral napravo ABES, je bilo narejenih dosti raziskav utrjevanja lepilnega spoja različnih lepil. Nekaj raziskav pa je bilo narejenih na prirejenih napravah, ki delujejo po podobnih principih – DGST (Šernek in sod., 2006; Šernek in Jošt, 2008; Jošt in Šernek, 2009; Šernek in sod., 2009). Pri raziskavah se je uporabljalo fenol-formaldehidno (FF) lepilo, melamin-urea-formaldehidno (MUF) lepilo in urea-formaldehidno (UF) lepilo.

3 MATERIAL IN METODE

V raziskavi smo proučevali vpliv povzročene deformacije med utrjevanjem lepila na končno trdnost lepilnega spoja. Med utrjevanjem lepila smo povzročali deformacije velikosti 0,5 mm, 0,75 mm in 1 mm, pri različnih časih med lepljenjem in sicer po 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 sekundah od začetka stiskanja, ter po 120 s preverili strižno trdnost spoja.

3.1 MATERIAL

3.1.1 Priprava lesnih preskušancev

Pri raziskavi smo uporabili preskušance iz luščenega bukovega furnirja (*Fagus sylvatica* L.) debeline 1,1 mm. Dimenzije preskušancev: širina 30 mm, dolžina 110 mm oziroma 150 mm. Pred meritvami so bili preskušanci v klimatizirani v standardni klimi in sicer $T = 20 \pm 2$ °C, ter RZV $\phi = 65 \pm 5$ %.

3.1.2 Fenol-formaldehidno lepilo BOROGEN tip A

Pri raziskavi smo uporabili fenol-formaldehidno lepilo (FF) "BOROFEN-B-407/45 (tip A)", tipa resol (slika 3), od proizvajalca Fenolit d.d. iz Borovnice, Slovenija. To lepilo je bilo namenjeno lepljenju vezanega lesa. Lepilo ima po podatkih proizvajalca naslednje lastnosti:

Preglednica1: Lastnosti lepila (podatki proizvajalca lepila- FENOLIT)

Lastnost	Vrednost
Vsebnost suhe snovi (DIN 16916 T2 (P))	45 %-46 %
Vsebnost baz	7 %-8 %
Iztočni čas, 20 °C	90 s-110 s
% NaOH	6 %-7 %
Vsebnost prostega formaldehida	< 0,2 %
Vsebnost prostega fenola	< 0,2 %
Čas skladiščenja (pri 20 °C)	minimalno 30 dni



Slika 3: Slika lepilne mešanice TIP A

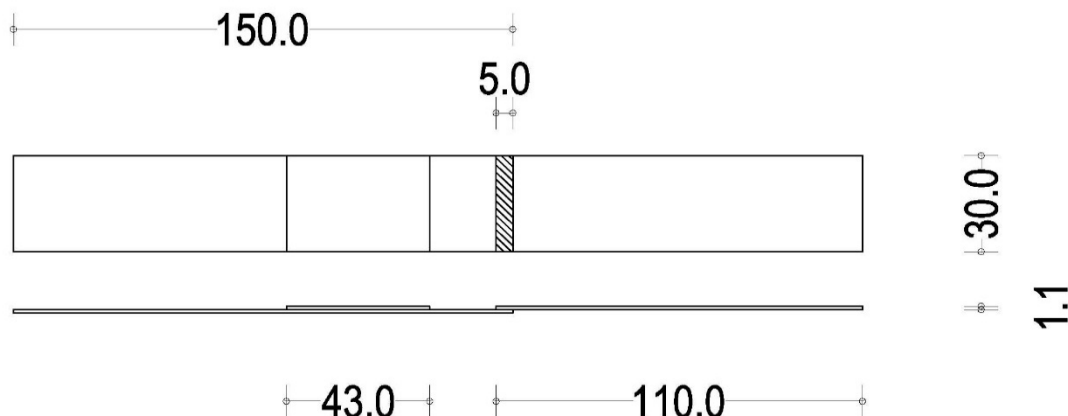
3.2 METODE

3.2.1 Proučevanje povzročene deformacije med utrjevanjem lepila na končno trdnost lepilnega spoja

Proučevanje povzročene deformacije med utrjevanjem lepila na končno trdnost lepilnega spoja smo izvedli z modificirano metodo dinamike graditve strižne trdnosti (DGST). Na testirnem stroju ZWICK Z100 sta bila nameščena dva grelca za simulacijo vroče stiskalnice. Prvi grelec je bil fiksni, drugi grelec pa je bil premičen s pomočjo pnevmatskega cilindra, ki je zagotovil tlak stiskanja. Prvi fiksni grelec je imel možnost prilagajanja nevzporednosti površine preskušanca ali nevzporednosti med grelnima ploščama (slika 7). Temperaturo smo regulirali s PID regulatorjem, ločeno za vsak grelec posebej, tako da je bila temperatura glede na nastavljeno vrednost med preskusom v območju $\pm 0,5$ °C. Med stiskanjem preskušanca smo v zelenem času s posebnim ventilom (slika 9) sprostili drugi grelec in s tem posledično je padel tlak stiskanja, da se je ustvarila željena deformacija brez odpiranja stiskalnice, nato pa se je spet ustvaril tlak stiskanja do konca stiskanja. Po koncu stiskanja smo izvedli strižni preizkus.

Za proučevanje povzročene deformacije na končno trdnost smo uporabili trakove bukovega furnirja debeline 1,1 mm in širine 30 mm. Uporabili smo dva trakova različnih dolžin. Prvi je bil dolg 150 mm, drugi pa 110 mm (slika 4). Za boljšo in enakomerno omočitev lepilne površine smo oba traka furnirja v območju lepljenja predhodno zbrusili z ročno tračno brusilko z brusilnim trakom št. 120. Na konec daljšega furnirja smo nanесли lepilo in sicer v količini 200 g/m². Prekrivna površina je bila 30 mm × 5 mm (150 mm²).

Pri tako mali lepilni površini smo potrebovali tudi majhen nanos lepila ($30\ \mu\text{g}$), ki smo ga dosegli s prostorninskim nanosom lepila ($24,9\ \mu\text{L}$) s pomočjo Transferpipetorja (slika 5).



Slika 4: Oblika in dimenzije preskušanca



Slika 5: Transferpipetor za volumski nanos lepila

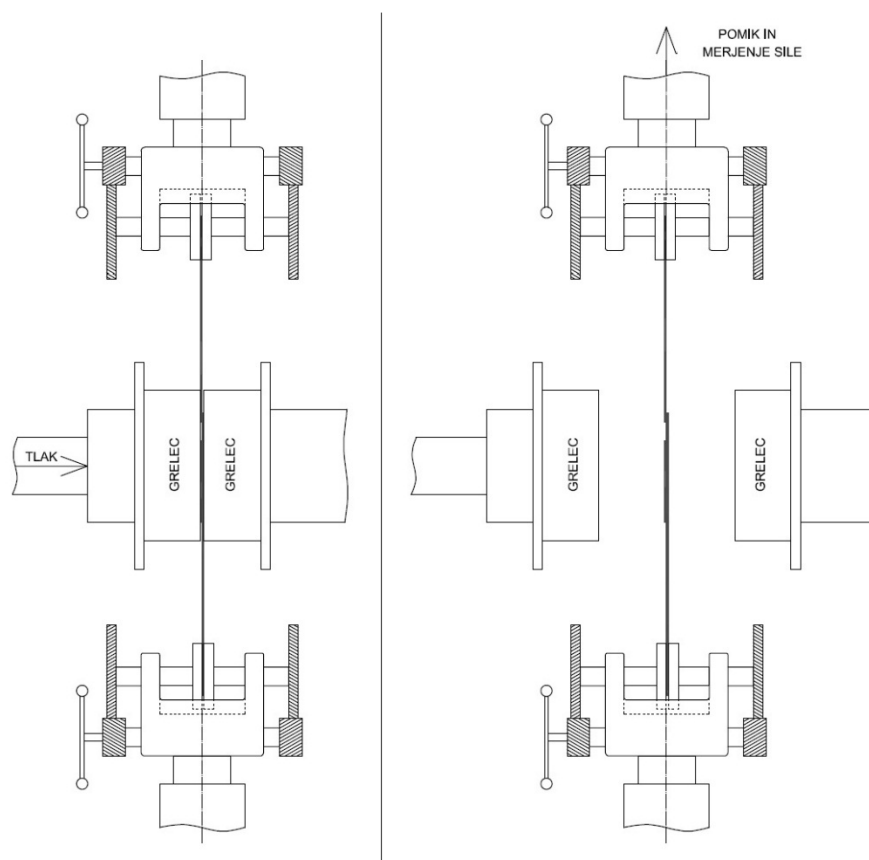
Po nanosu lepila (slika 6) smo oba traka furnirja sestavili v lepljenec, ju vpeli v čeljusti testirnega stroja ter stisnili s tlakom $1,2\ \text{MPa}$ kot v vroči stiskalnici (slika 8). Strižnemu preskušancu smo zaradi velikega pnevmatskega cilindra, grobe nastavitve tlaka in majhne lepilne površine ($150\ \text{mm}^2$) povečali stiskalno površino, tako da smo mu dodali košček furnirja $43\ \text{mm} \times 30\ \text{mm}$ ($1290\ \text{mm}^2$). Po določenem času stiskanja smo s posebnim ventilom sprostili tlak (slika 9), povzročili deformacijo, nazaj stisnili in po določenem času utrjevanja drugi grelec odmaknili oziroma odprli stiskalnico in takoj preskusili strižno trdnost lepilnega spoja. Hitrost pomika testirnega stroja je bila $50\ \text{mm/min}$. Na računalniku se je zabeležila maksimalna sila, naknadno pa smo vizualno ocenili še delež loma po lesu.



Slika 6: Preskušanec z nanesenim lepilom

Meritve smo izvedli pri temperaturi stiskanja 140 °C in času stiskanja 120 s. Med utrjevanjem lepila smo povzročali deformacije velikosti 0,5 mm, 0,75 mm in 1mm, pri različnih časih 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55 sekund. Za vsako posamezno deformacijo smo izvedli vsaj 10 meritev.

Po opravljenih meritvah smo vsakemu preskušancu s kljunastim merilom izmerili strižno širino in dolžino, ter na podlagi sile in strižne površine izračunali strižno trdnost (enačba 1).



Slika 7: Shematski prikaz metode DGST: stiskanje in utrjevanje (levo), ter ugotovitev strižne trdnosti lepilnega spoja (desno)

Enačba strižne trdnosti:

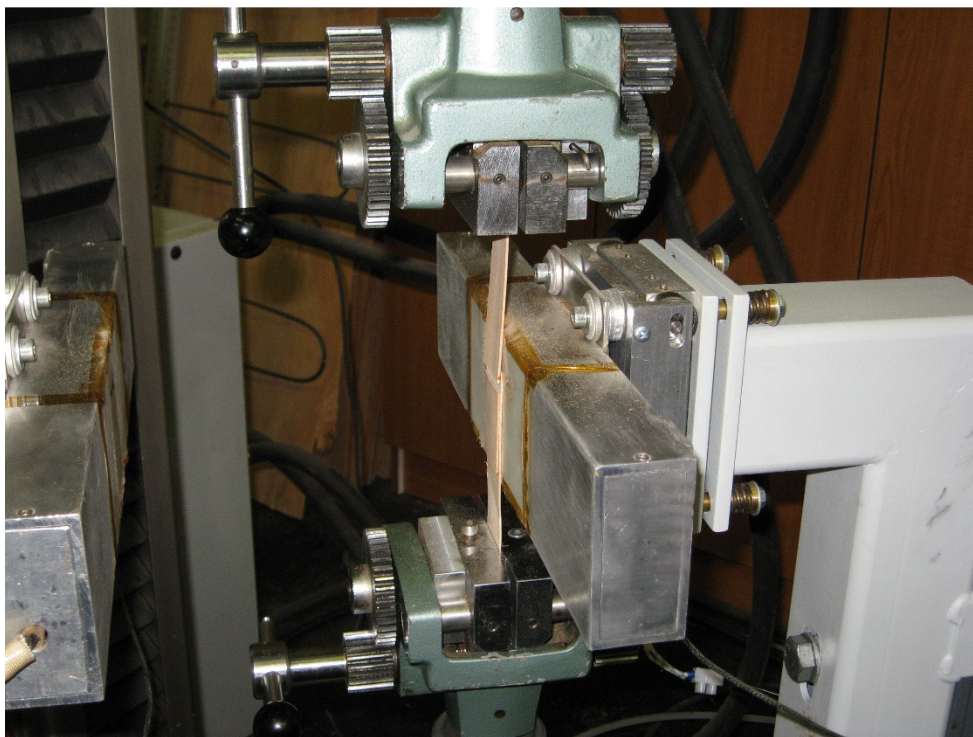
$$f_v = \frac{F_{max}}{l \cdot b} \quad \dots (1)$$

f_v (N/mm²) - strižna trdnost

F_{max} (N) - maksimalna sila ob lomu

l (mm) - dolžina prekritja

b (mm) - širina preskušanca



Slika 8: Vpet preskušaneč pred stiskanjem v testirnem stroju ZWICK Z100



Slika 9: Posebni ventil, ki nam je omogočil sprostitvev tlaka stiskanja med deformacijo, brez odpiranja stiskalnice

4 REZULTATI

4.1 LASTNOSTI LEPILA

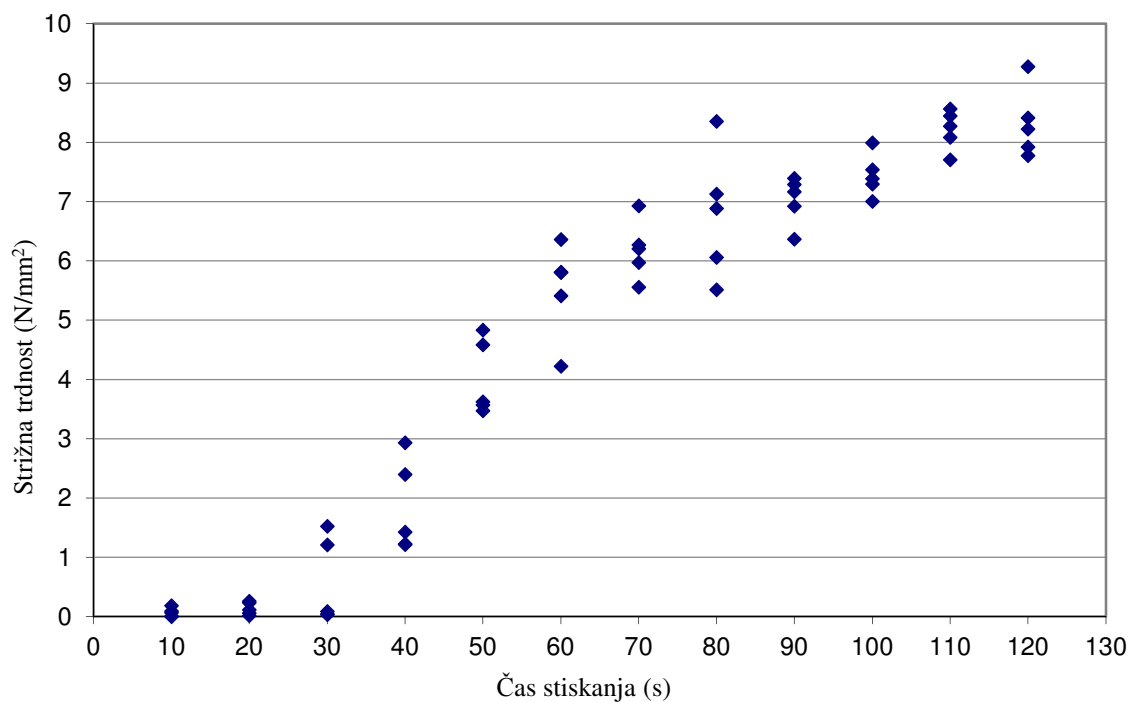
4.1.1 Krivulja utrjevanja lepila

Na začetku raziskave smo ugotavljali kdaj FF lepilo v tekoči obliki doseže maksimalno trdnost pri temperaturi stiskanja 140 °C. Zato smo morali dobiti krivuljo utrjevanja lepila. Na testirnem stroju Zwick Z100 smo vpenjali bukove preskušance in jim preverjali strižno trdnost po različnih časih stiskanja. Strižno trdnost smo preverjali po 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110 in 120 sekundah. Vse meritve smo opravili z vsaj 5 ponovitvami. Vsakemu preskušancu smo po končanem preskušanju še vizualno ocenili delež loma po lesu. V začetni fazi stiskanja je trdnost lepilnega spoja 0, loma po lesu pa tudi ni. Po 20 s se prične graditi trdnost, ki začne strmo naraščati, po 60 s pa se upočasni. Lom po lesu se pojavi pri 30 s in bolj postopoma raste. Maksimalna trdnost je malo nad 8 N/mm², ki jo dosežemo po 110 s. Sočasno z doseganjem maksimalne trdnosti dosežemo tudi maksimalen delež loma po lesu (100%). Povprečne vrednosti so prikazane v preglednici 2.

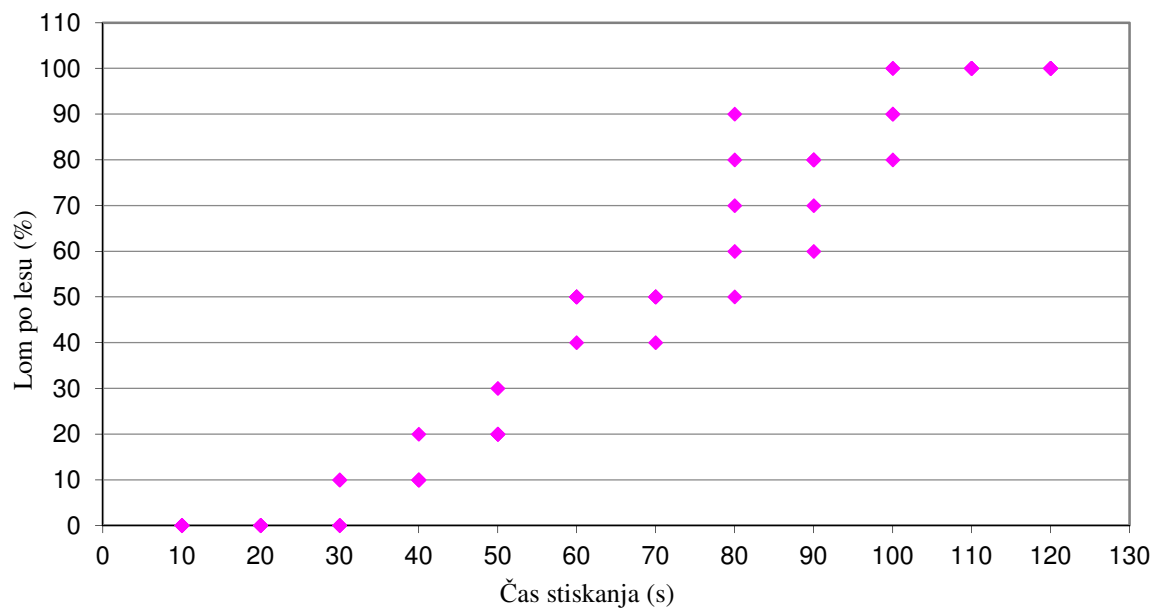
Preglednica2: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu pri temperaturi stiskalnice 140 °C v odvisnosti od časa stiskanja

Čas lepljenja (s)	Strižna trdnost (N/mm ²)	Delež loma po lesu (%)
10	0,1	0
20	0,1	0
30	0,6	4
40	1,8	12
50	4,0	22
60	5,5	48
70	6,2	48
80	6,8	70
90	7,0	74
100	7,4	92
110	8,2	100
120	8,3	100

Na sliki 10 je razviden vpliv časa stiskanja na utrjevanje lepila. Razvidno je, da končno trdnost lepilo doseže po 120 sekundah utrjevanja v stiskalnici pri temperaturi 140 °C.



Slika 10: Graditev strižne trdnosti FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C, v odvisnosti od časa stiskanja



Slika 11: Delež loma po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C, v odvisnosti od časa stiskanja

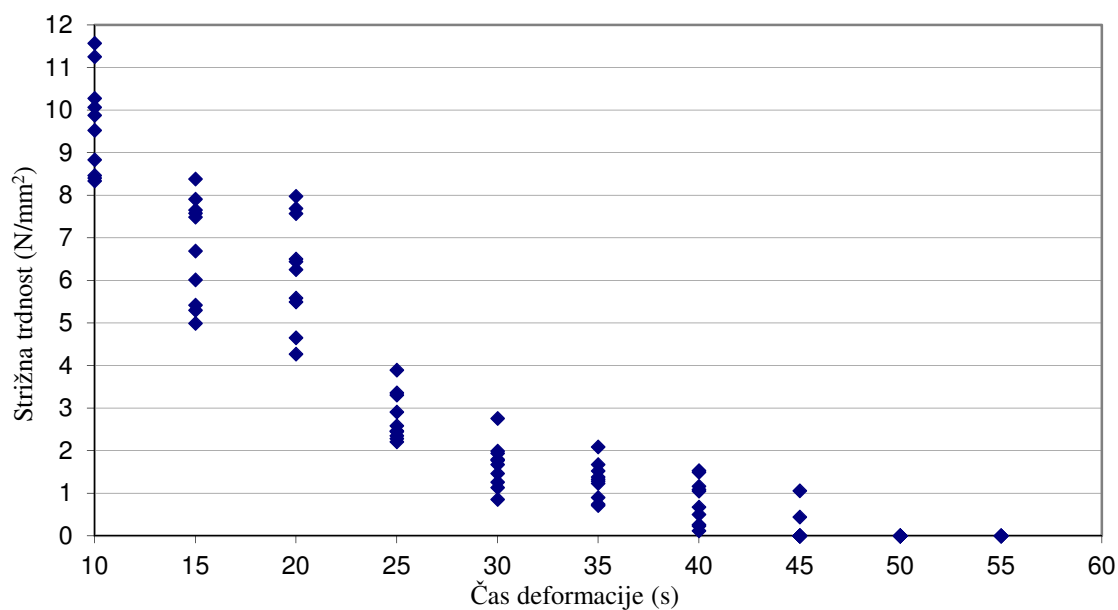
4.2 VPLIV DEFORMACIJE MED LEPLJENJEM NA KONČNO TRDNOST LEPIILNEGA SPOJA

4.2.1 Vpliv deformacije 0,5 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja

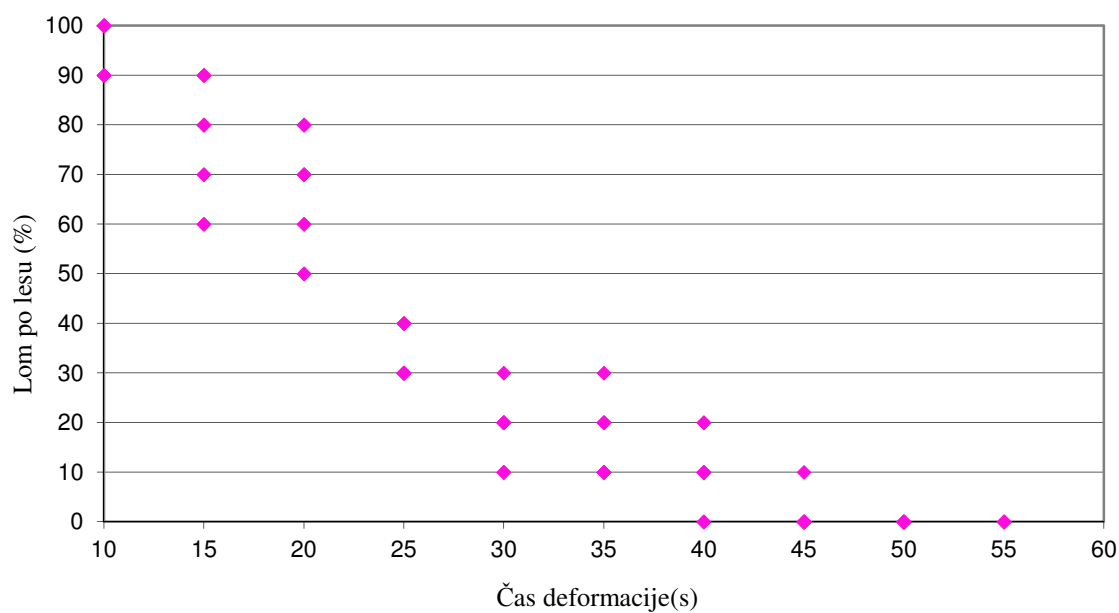
Ugotavljali smo kako povzročena deformacija velikosti 0,5 mm v različnih časih stiskanja, pri 140 °C, vpliva na FF lepilo in njegovo končno strižno trdnost spoja. Na testirnem stroju Zwick Z100 smo vpenjali bukove preskušance in jim preverjali strižno trdnost po povzročeni deformaciji v različnih časih utrjevanja lepila. Deformacije smo povzročali po 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 in 55 sekundah od začetka stiskanja. Končno meritev strižne trdnosti pa smo izvedli po 120 sekundah od začetka stiskanja. Vse meritve smo opravili z vsaj 10 ponovitvami. Vsakemu preskušancu smo po končanem preskušanju še vizualno ocenili delež loma po lesu. Če deformacijo 0,5 mm napravimo po 10 sekundah stiskanja, še ne vpliva na končno trdnost lepilnega spoja. Po 10 do 40 sekundah se opazi padanje končne trdnosti spoja, po 45 sekundah pa lepilo že toliko utrdi, da se lepilna vez poruši in se ne more več obnoviti. Podobno se dogaja z deležem loma po lesu. Po 10 sekundah je še na 97 %, nato pada in po 50 sekundah ga ni več možno zaslediti.

Preglednica3: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,5 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

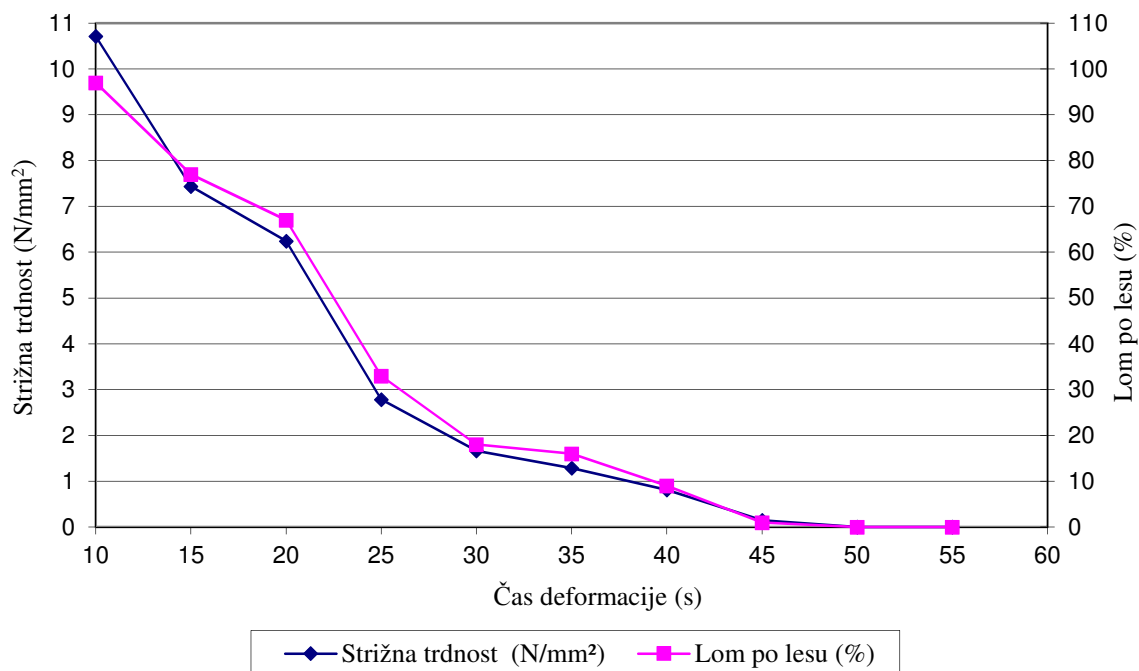
Čas deformacije (s)	Strižna trdnost (N/mm ²)	Lom po lesu (%)
10	10,7	97
15	7,4	77
20	6,2	67
25	2,8	33
30	1,7	18
35	1,3	16
40	0,8	9
45	0,1	1
50	0	0
55	0	0



Slika 12: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,5 mm pri različnih časih med stiskanjem



Slika 13: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,5 mm pri različnih časih med stiskanjem



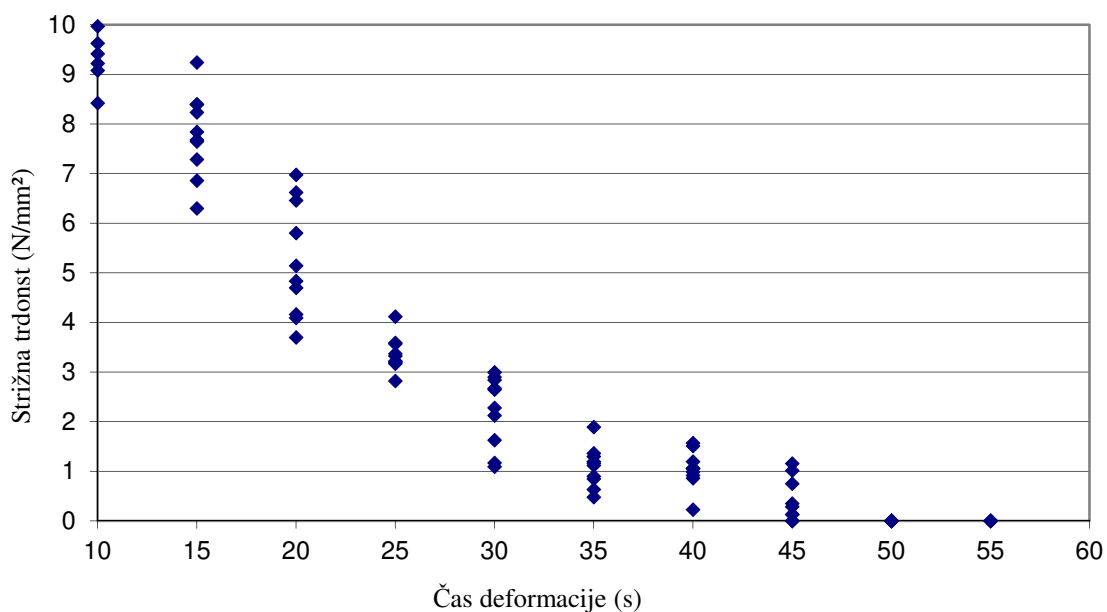
Slika 14: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu ($n = 10$) lepilnega spoja, pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,5 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

4.2.2 Vpliv deformacije 0,75 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja

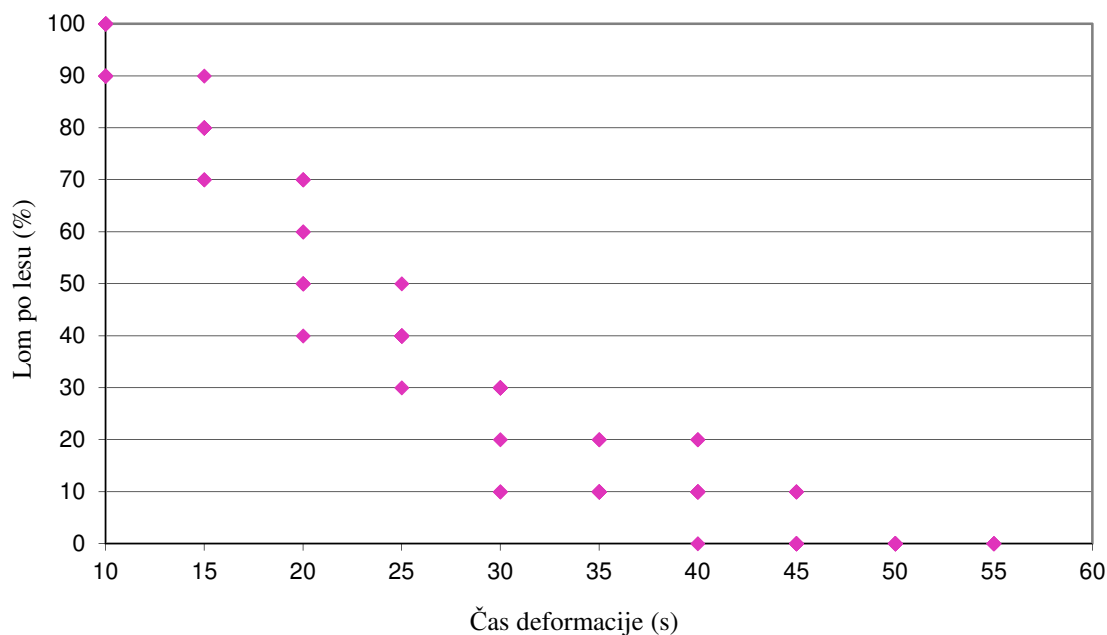
Ugotavljali smo kako povzročena deformacija velikosti 0,75 mm v različnih časih stiskanja, pri 140 °C, vpliva na FF lepilo in njegovo končno strižno trdnost spoja. Na testirnem stroju Zwick Z100 smo vpenjali bukove preskušance in jim preverjali strižno trdnost po povzročeni deformaciji v različnih časih utrjevanja lepila. Deformacije smo povzročali po 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 in 55 sekundah od začetka stiskanja. Končno meritev strižne trdnosti pa smo izvedli po 120 sekundah od začetka stiskanja. Vse meritve smo opravili z vsaj 10 ponovitvami. Vsakemu preskušancu smo po končanem preskušanju še vizualno ocenili delež loma po lesu. Če deformacijo 0,75 mm napravimo po 10 sekundah stiskanja še ne vpliva na končno trdnost lepilnega spoja. Po 10 do 40 sekundah se opazi padanje končne trdnosti spoja, po 45 sekundah pa lepilo že toliko utrdi, da se lepilna vez poruši in se ne more več obnoviti. Podobno se dogaja z deležem loma po lesu. Po 10 sekundah je še na 96 %, nato pada in po 50 sekundah ga ni več možno zaslediti.

Preglednica4: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,75 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

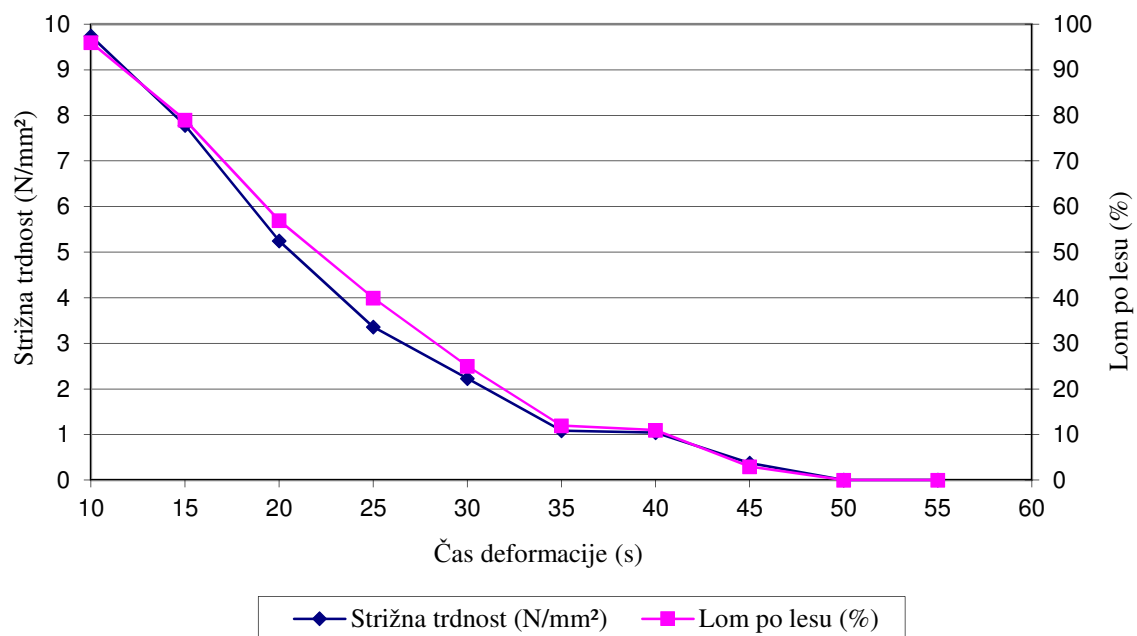
Čas deformacije (s)	Strižna trdnost (N/mm ²)	Lom po lesu (%)
10	9,7	96
15	7,8	79
20	5,2	57
25	3,4	40
30	2,2	25
35	1,1	12
40	1,0	11
45	0,4	3
50	0	0
55	0	0



Slika 15: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,75 mm pri različnih časih med stiskanjem



Slika 16: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 0,75 mm pri različnih časih med stiskanjem



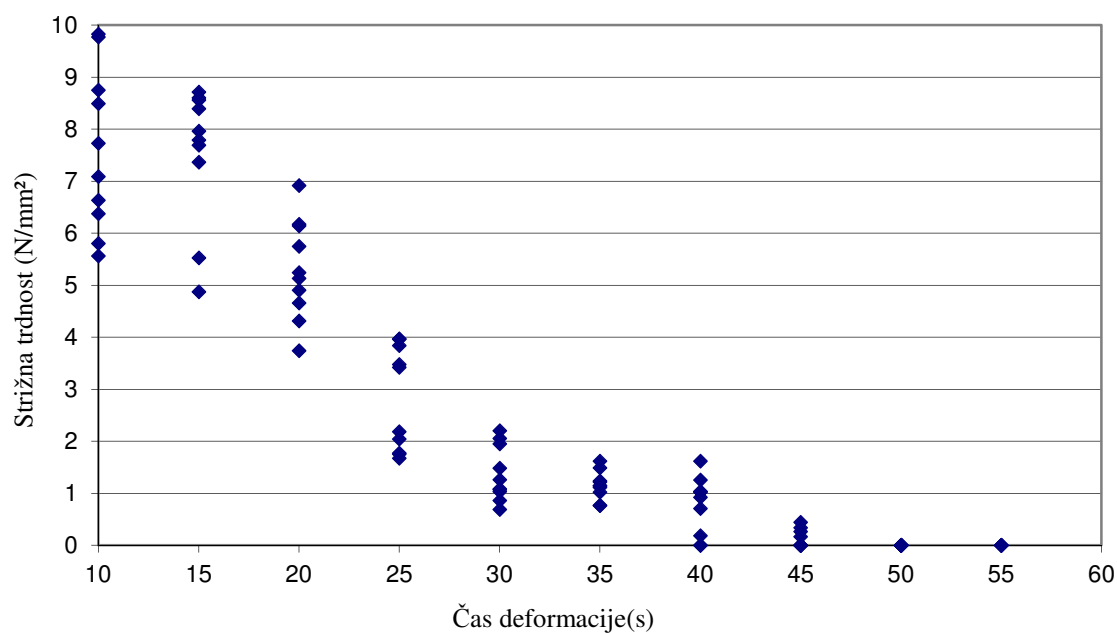
Slika 17: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu (n =10) lepilnega spoja, pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 0,75 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

4.2.3 Vpliv deformacije 1 mm pri temperaturi 140 °C na končno strižno trdnost lepilnega spoja

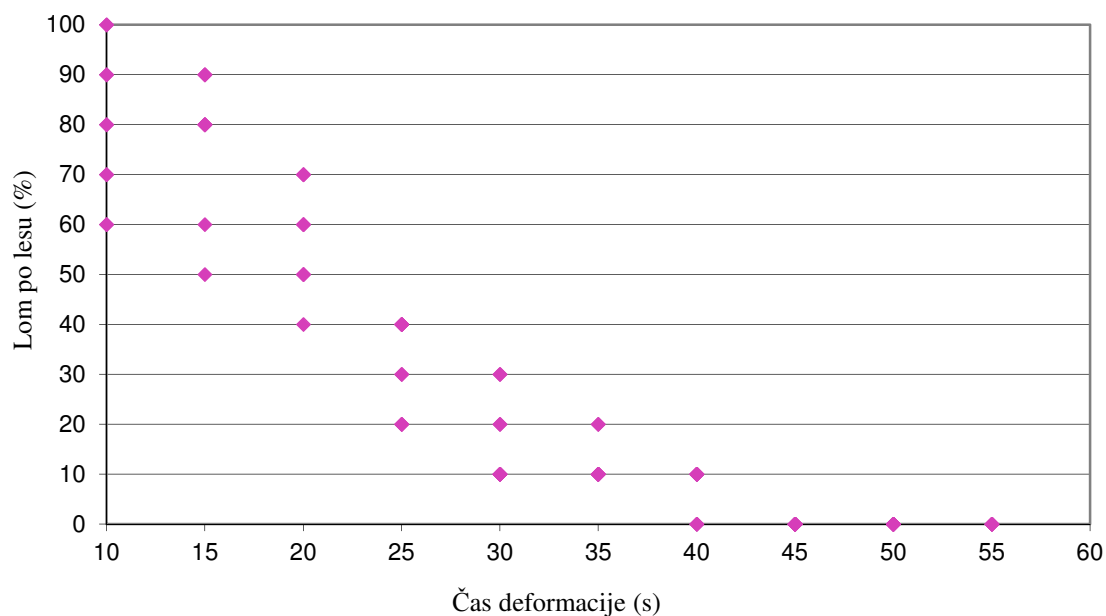
Ugotavljali smo kako povzročena deformacija velikosti 1 mm v različnih časih stiskanja, pri 140 °C, vpliva na FF lepilo in njegovo končno strižno trdnost spoja. Na testirnem stroju Zwick Z100 smo vpenjali bukove preskušance in jim preverjali strižno trdnost po povzročeni deformaciji v različnih časih utrjevanja lepila. Deformacije smo povzročali po 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50 in 55 sekundah od začetka stiskanja. Končno meritev strižne trdnosti pa smo izvedli po 120 sekundah od začetka stiskanja. Vse meritve smo opravili z vsaj 10 ponovitvami. Vsakemu preskušancu smo po končanem preskušanju še vizualno ocenili delež loma po lesu. Če deformacijo 1 mm napravimo po 10 sekundah stiskanja že vpliva na končno trdnost lepilnega spoja. Po 10 do 30 sekundah se opazi padanje končne trdnosti spoja, po 35 sekundah pa lepilo že toliko utrdi, da se lepilna vez poruši in se ne more več obnoviti. Podobno se dogaja z deležem loma po lesu. Po 10 sekundah je še na 80 %, nato pada in po 45 sekundah ga ni več možno zaslediti

Preglednica5: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 1 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

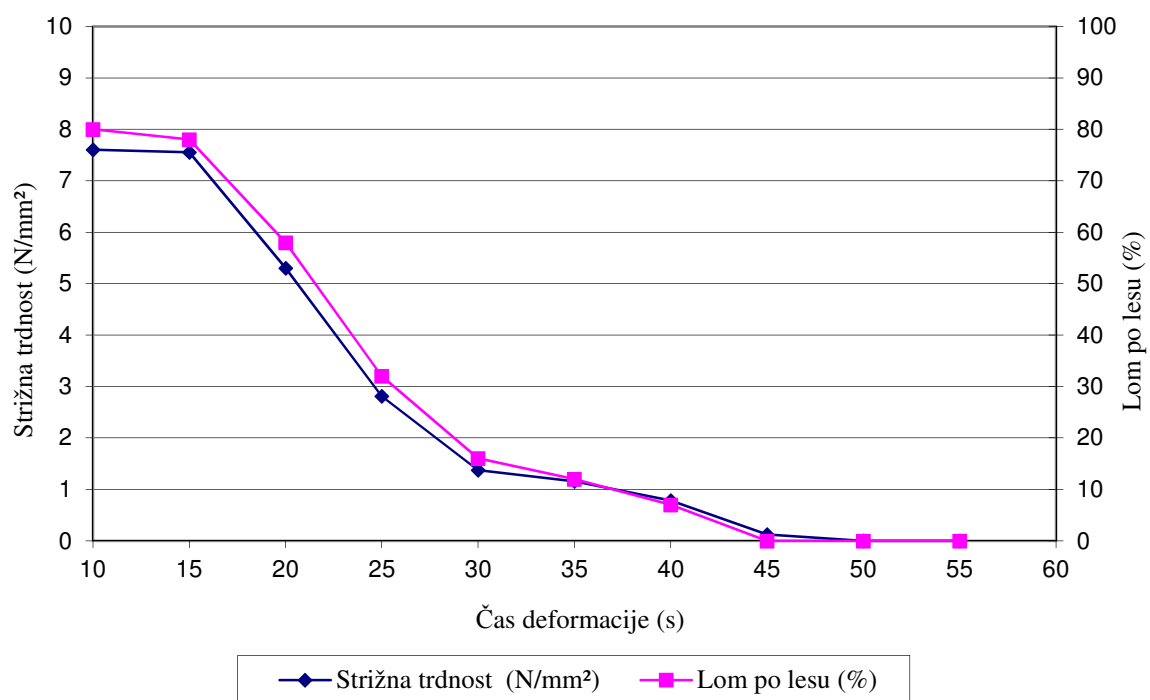
Čas deformacije (s)	Strižna trdnost (N/mm ²)	Lom po lesu (%)
10	7,6	80
15	7,6	78
20	5,3	58
25	2,8	32
30	1,4	16
35	1,2	12
40	0,8	7
45	0,1	0
50	0	0
55	0	0



Slika 18: Strižna trdnost FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 1 mm pri različnih časih med stiskanjem



Slika 19: Lom po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C glede na povzročeno deformacijo velikosti 1 mm pri različnih časih med stiskanjem



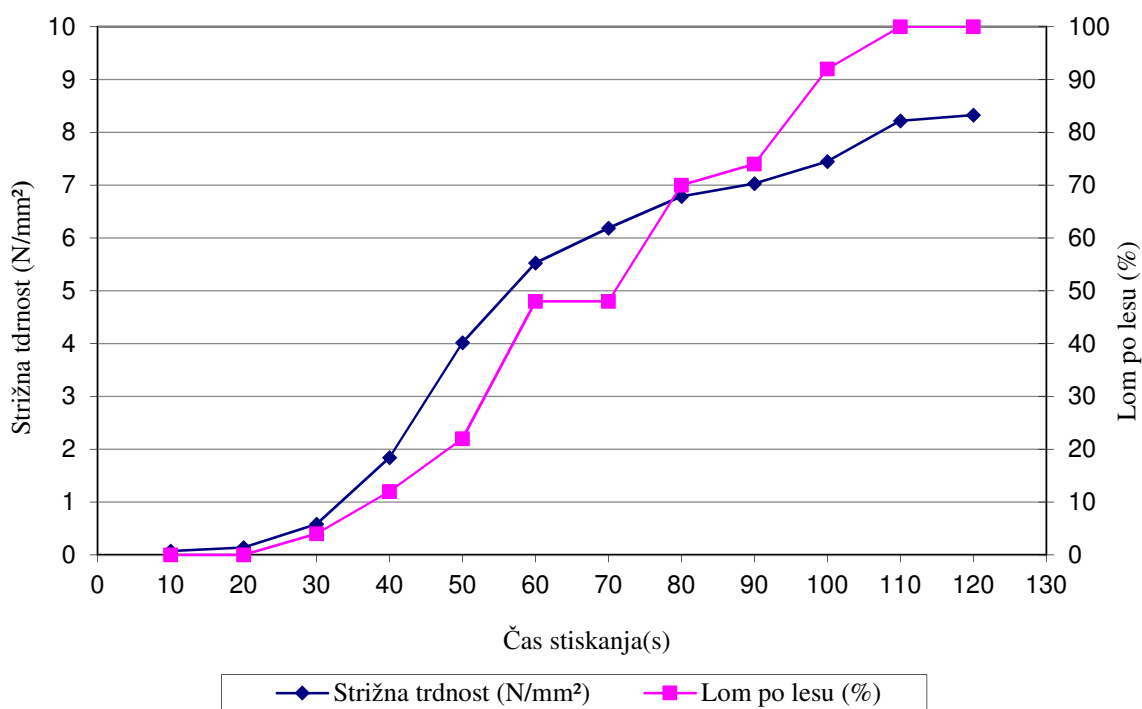
Slika 20: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in loma po lesu ($n = 10$) lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C in deformaciji velikosti 1 mm povzročene pri različnih časih med stiskanjem

5 RAZPRAVA IN SKLEPI

5.1 RAZPRAVA

5.1.1 Graditev strižne trdnosti FF lepilnega spoja in deleža loma po lesu pri temperaturi stiskanja 140 °C

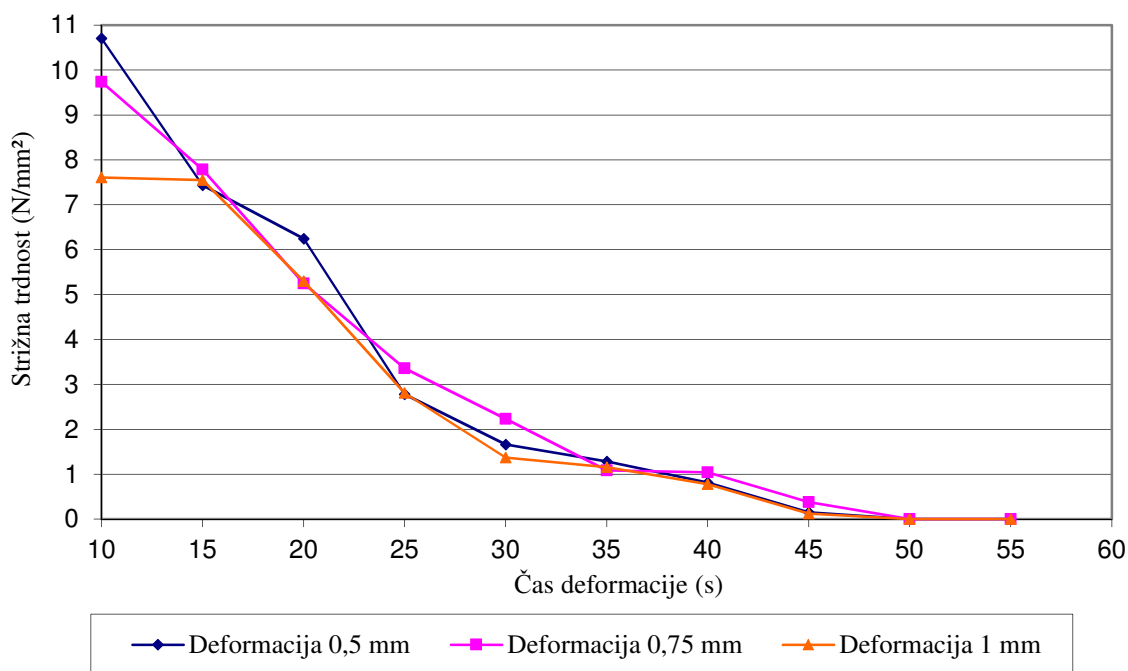
Graditev strižne trdnosti in deleža loma po lesu FF lepilnega spoja v odvisnosti od časa je predstavljena na sliki 21. Opazimo, da sta si krivulji, ki sta nastali, podobni. Imata značilno obliko črke S, ki je tipična logistična krivulja rasti (Šernek in sod., 2009). Tako krivuljo lahko razdelimo na tri dele: začetek, rast in zaključek utrjevanja. Na začetku lepljenja sta bila strižna trdnost in delež loma po lesu enaka nič, ker lepilo še ni želiralo. Po 20 sekundah se pojavi minimalna strižna trdnost, med tem ko je delež loma po lesu še vedno enak nič, temu pravimo začetek. Po 30 sekundah lepljenja se prične intenzivna rast strižne trdnosti kot tudi deleža loma po lesu. Intenzivna rast traja do 60 sekund od pričetka stiskanja. Po 60 sekundah počasi rasteta tako strižna trdnost kot tudi delež loma po lesu. Po 120 sekundah lepilni spoj dokončno utrdi in pojavi se maksimalna strižna trdnost kot tudi maksimalen delež loma po lesu. Maksimalna strižna trdnost in maksimalen delež loma po lesu sta bila dosežena skoraj istočasno.



Slika 21: Povprečne vrednosti strižne trdnosti in deleža loma po lesu FF lepilnega spoja pri temperaturi stiskalnice 140 °C v odvisnosti od časa stiskanja

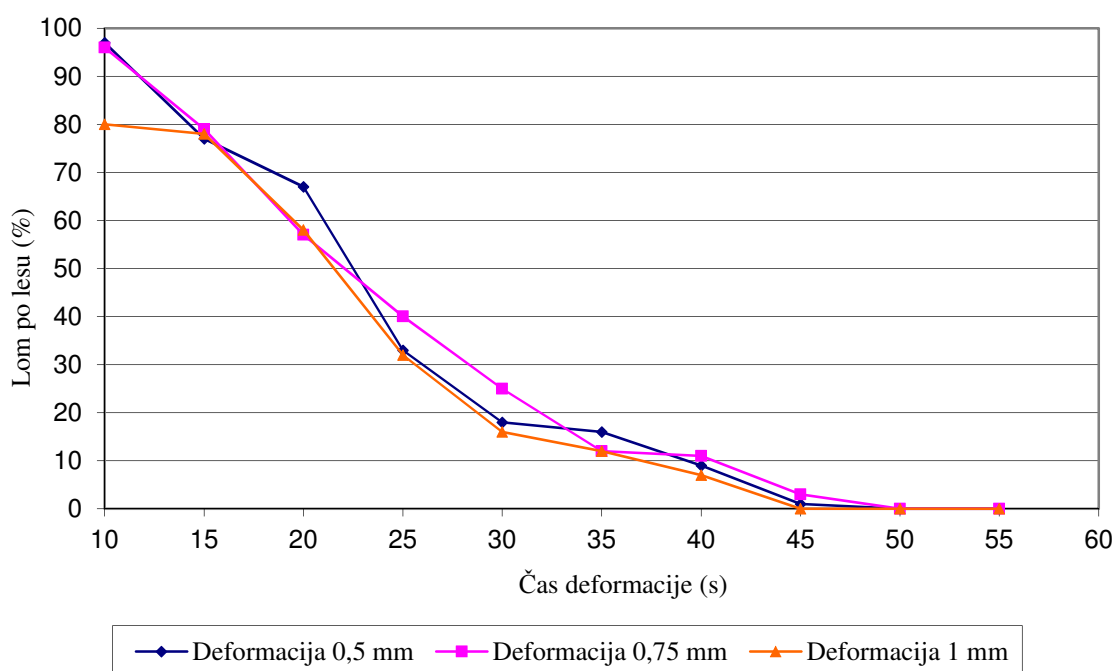
5.1.2 Vpliv deformacije med utrjevanjem lepila na strižno trdnost in delež loma po lesu

Vpliv deformacije med utrjevanjem FF lepila na strižno trdnost je prikazan na sliki 22. Opazimo, da so si krivulje dokaj podobne. Ko deformacijo povzročimo 10 sekund po začetku stiskanja še ne vpliva bistveno na končno trdnost spoja. Ko pa deformacijo povzročimo 15 do 20 sekund po pričetku stiskanja opazimo padec strižne trdnosti. Pri 25 sekundah opazimo, da je strižna trdnost že za več kot polovico manjša, ki se v nadaljevanju zmanjšuje in pri 50 sekundah po začetku stiskanja je enaka 0 N/mm². Kot vidimo velikost deformacije ni bistveno vplivala na strižno trdnost, samo pri 10 sekundah po začetku stiskanja je bila trdnost pri deformaciji velikosti 1mm nekoliko nižja od trdnosti pri deformaciji 0,5 mm in 0,75 mm, kasneje pa so bile vrednosti strižne trdnosti približno enake. Najbolj je na končno strižno trdnost FF lepilnega spoja vplival čas pri katerem smo povzročili deformacijo.



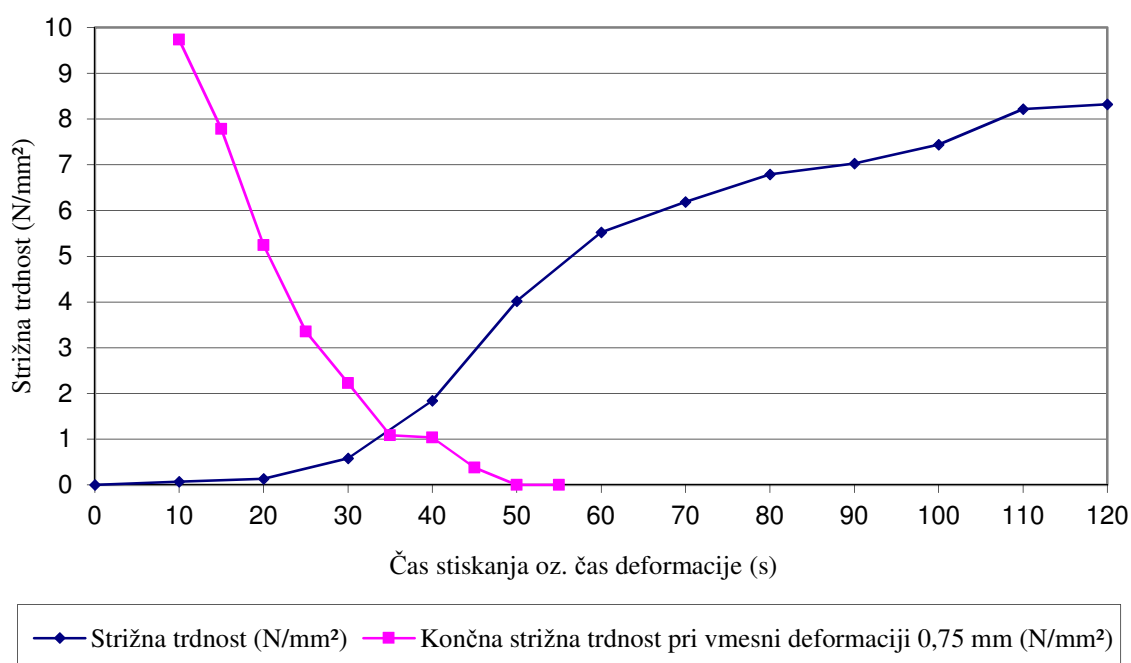
Slika 22: Povprečne vrednosti strižne trdnosti FF lepilnega spoja pri različnih deformacijah med lepljenjem in temperaturi stiskanja 140 °C

Vpliv deformacije med utrjevanjem FF lepila na delež loma po lesu je prikazan na sliki 23. Tudi tukaj opazimo, da so si krivulje dokaj podobne kot pri sliki 22. Največja razlika je opazna pri 10 sekundah po začetku stiskanja, tu je delež loma po lesu pri deformaciji 1 mm nekoliko nižji kot pri deformacijah 0,5 mm in 0,75 mm. Tako kot pri strižni trdnosti je tudi delež loma po lesu padal in pri 50 sekundah po začetku stiskanja znašal 0 %. Na delež loma je najbolj vplival čas v katerem je bila povzročena deformacija, manj vpliva pa je imela velikost same deformacije.



Slika 23: Povprečne vrednosti deleža loma po lesu FF lepilnega spoja pri različnih deformacijah med lepljenjem in temperaturi stiskanja 140 °C

Na sliki 24 sta prikazani krivulja graditve strižne trdnosti lepilnega spoja in krivulja končne strižne trdnosti pri vmesni deformaciji 0,75 mm. Iz slike je razvidno, da je na začetku stiskanja, ko spoj še nima zgrajene trdnosti, končna strižna trdnost pri vmesni deformaciji visoka. Po 20 s stiskanja pa se že začne graditi trdnost, končna strižna trdnost pri vmesni deformaciji pa začne padati. Pri lepljenju brez deformacije je po 50 s stiskanja dosežena približno 50 % trdnost lepilnega spoja, če pa v tem trenutku v lepilnem spoju naredimo deformacijo, se vse že nastale vezi porušijo, nove pa se ne morejo več vzpostaviti, zato je potem končna (po 120 s stiskanja) strižna trdnost 0 N/mm².



Slika 24: Graf povprečnih vrednosti strižne trdnosti lepila ter povprečne vrednosti končne strižne trdnosti pri vmesni deformaciji 0,75 mm in temperaturi stiskanja 140 °C

5.2 SKLEPI

Z raziskavo smo proučevali vpliv velikosti deformacije in časa povzročitve deformacije med utrjevanjem FF lepila na končno trdnost spoja. Na osnovi rezultatov opravljene raziskave lahko oblikujemo naslednje bistvene sklepe:

- deformacija povzročena med utrjevanjem FF lepila lahko močno vpliva na končno strižno trdnost lepilnega spoja;
- sama velikost deformacije ni bistveno vplivala na končno strižno trdnost lepilnega spoja, najbolj je vplival čas po začetku stiskanja FF lepila, v katerem smo povzročili deformacijo;
- velikost deformacije je vplivala samo po 10 sekundah od začetka stiskanja FF lepila, kjer je bilo vidno, da deformacija velikosti 1 mm vidno zmanjša končno strižno trdnost kot tudi delež loma po lesu v primerjavi z deformacijama 0,5 mm in 0,75 mm;
- deformacija povzročena na začetku stiskanja FF lepila (manj kot 10 sekund) še ne vpliva na končno strižno trdnost;
- med utrjevanjem FF lepila strižna trdnost sočasno z deležem loma po lesu pada z naraščanjem časa, ko je bila povzročena deformacija.

Na osnovi rezultatov raziskave priporočamo, da do deformacij med utrjevanjem FF lepila ne prihaja, če pa že pride, pa naj se te zgodijo v začetku utrjevanja (10 sekund), da ne vplivajo na končno trdnost lepilnega spoja.

6 POVZETEK

V diplomski nalogi smo proučevali vpliv povzročene deformacije med utrjevanjem fenol-formaldehidnega (FF) lepila, na končno trdnost spoja. Uporabili smo FF lepilo za lepljenje vezanega lesa in bukov furnir (*Fagus sylvatica* L.) debeline 1,1 mm, širine 30 mm in dolžine 110 mm oziroma 150 mm. Lepilo smo nanašali na 5 mm x 30 mm veliko površino enostransko s transferpipetorjem v količini 200 g/m². Površino smo pred nanosom obrisali za boljšo in enakomerno omočitev.

Rezultate raziskave smo dobili s prilagojeno metodo kot DGST (Dinamična Graditev Strižne Trdnosti) metodo, ki je prilagojena metoda ABES (Automated Bonding Evaluation System). Na univerzalnem testirnem stroju Zwick Z100 je bila nameščena manjša vroča stiskalnica s posebnim ventilom, ki je znižal tlak stiskanja pri deformaciji na 0 MPa ne da bi se stiskalnica odprla. Temperatura lepljenja je bila 140 °C, tlak lepljenja pa 1,2 MPa. Med lepljenjem smo povzročali deformacije velikosti 0,5 mm, 0,75 mm in 1 mm pri različnih časih stiskanja (od 10 do 55 sekund po začetku stiskanja). Za vsako deformacijo pri določenem času smo naredili 10 ponovitev. Delež loma po lesu pa smo ocenjevali vizualno.

Z rezultati raziskave smo potrdili predvidevanja, da deformacija povzročena na začetku utrjevanja lepila kot tudi velikost deformacije bistveno ne vplivata na končno trdnost lepilnega spoja in delež loma po lesu. Majhno odstopanje se vidi samo pri deformaciji 1mm pri 10 sekundah od začetka utrjevanja. Deformacije, ki pa se povzročijo kasneje, pa že vplivajo na končno trdnost. Kasneje ko deformacijo povzročimo, manjša je končna trdnost in pri 50 sekundah je končna trdnost že enaka 0 N/mm². V lepilu se lepilna vez toliko poruši, da se ne more več obnoviti. Popolnoma isto se dogaja z deležem loma po lesu.

Na osnovi rezultatov raziskave priporočamo, da do deformacij med utrjevanjem FF lepila ne prihaja, če pa že pride, pa naj se te zgodijo v začetku utrjevanja (10 sekund), da ne vplivajo na končno trdnost lepilnega spoja.

7 VIRI

- Humphrey P.E. 1990. Device for testing adhesive bonds. United States Patent 5.176.028.
- Jošt M. 2009. Vpliv temperature stiskanja na kinetiko utrjevanja in dinamiko graditve trdnosti fenol-formaldehidnega lepilnega spoja. Doktorska disertacija. Ljubljana, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 106 str.
- Jošt M., Šernek M. 2009. Shear strength development of the phenol-formaldehyde adhesive bond during cure. *Wood Science and Technology*, 43, 1-2:153-166
- Marra A.A. 1992. Technology of wood bonding, Principles in practice. New York, Van Nostrand Reinhold: 454 str.
- Resnik J. 1989. Lepila in lepljenje lesa. Ljubljana, Univerza Edvarda Kardelja v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 103 str.
- Seljak M., Šernek M. 2005. Vpliv različne mehanske priprave lepilne površine na kvaliteto lepilnega spoja. *Les*, 57, 4: 106-110
- SIST EN 205. Lepila - Lepila za les za nekonstrukcijsko uporabo - Ugotavljanje natezno strižne trdnosti spojev s preklopom. 2003: 13 str.
- Šernek M. 1999. Vpliv bistvenih dejavnikov na penetracijo in trdnost UF lepilnega spoja pri lepljenju bukovine. Magistrsko delo. Ljubljana, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 111 str.
- Šernek M. 2002/03. Furnir in lepljen les. Študijsko gradivo. Ljubljana, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
- Šernek M., Kokalj A., Jošt M. 2006. The development of adhesive bond strength during phenol-formaldehyde resin curing. V: *Wood resource and panel properties: conference proceedings: Cost Action E44-E49*, Valencia, Spain, 12-13 June 2006. Valencia: AIDIMA, Furniture, wood and packaging technology institute: 89-96
- Šernek M., Jošt M. 2008. Monitoring bond strength development during the phenol-formaldehyde adhesive cure. V: *Proceedings of the International Panel Products Symposium 2008*, Bangor: BioComposites Centre: 87-95
- Šernek M., Kariž M., Kunc D. 2009. Graditev trdnosti urea-formaldehidnega lepilnega spoja med utrjevanjem. *Les*, 61, 5: 264–273

ZAHVALA

Zahvaljujem se mentorju prof. dr. Milanu Šerneku za strokovno pomoč pri oblikovanju in nastajanju diplomskega dela. Zahvalil bi se tudi somentorju dr. Mateju Joštu, ki mi je pomagal pri izvajanju testiranj in recenzentu doc. dr. Mirku Karižu za opravljeno strokovno recenzijo diplomskega dela.

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Danijel GLADOIČ

**VPLIV POVZROČENE DEFORMACIJE MED
UTRJEVANJEM LEPILA NA KONČNO TRDNOST
SPOJA**

DIPLOMSKO DELO

Visokošolski strokovni študij

Ljubljana, 2016